

**Pyrazole derivs prep - by reacting 1-alkyl-3-amino-benzimidazolium arylsulphonates with acetylene dicarbonyls**

**Patent Assignee: TAMURA Y**

**Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 50030871	A	19750327				197528	B

**Priority Applications (Number Kind Date): JP 7380158 A ( 19730716)**

**Abstract:**

JP 50030871 A

Pyrazole derivs. (I; R1 = alkyl; R2 = alkoxy, aryl) are prep'd. by reaction of 1-alkyl-3-amino-benzimidazolium arylsulphonates (II; X- = arylsulphonyloxy anions) with acetylene dicarbonyls R2COC CCOR2 (III). I are analgesic and antiinflammatory (no data). In an example, 0.213 g III (R2 = MeO) was added to a mixt. of 0.347 g II (R1 = Me, X- = 2,4,6-trimethylphenyl)-sulphonyloxy anion) and 0.138 g K2CO3 in DMF at 40-50 degrees and the whole stirred 5 hr to give 0.165 g I (R1 = Me, R2 = MeO). I(R1 = Me, R2 = Ph) was also prep'd. in 70% yield.

Derwent World Patents Index

© 2001 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 1397175





特許願 (イ)

昭和48年2月16日

特許長官署

1. 発明の名称

ピラゾール誘導体の製法

2. 発明者

田村恭光 (ほか2名)

3. 特許出願人

田村恭光

4. 代理人

大阪府大阪市東淀川区加島町 262番地  
田辺製薬株式会社内  
(6461)弁理士 中嶋正士

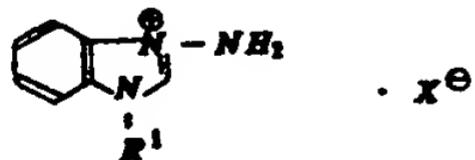
### 明細書

発明の名称

ピラゾール誘導体の製法

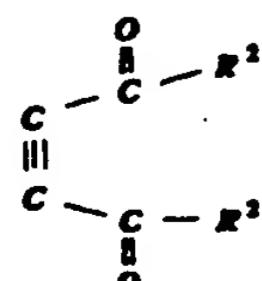
特許請求の範囲

一般式



(但し、R1はアルキル基、Xeはアリールスルホニルオキシアニオンを表わす。)

で示されるノーアルキル-3-アミノ-ベンツイミダゾリウム・アリールスルホネートと一般式



(但し、R2はアルコキシ基またはアリール基を表わす。)

OK

2

⑯ 日本国特許庁

## 公開特許公報

⑪特開昭 50-30871

⑬公開日 昭50.(1975) 3. 27

⑭特願昭 48-80158

⑮出願日 昭48.(1973) 7. 16

審査請求 未請求 (全3頁)

庁内整理番号

7242 44

⑯日本分類

16 E36/1

⑮Int.CI<sup>2</sup>

C07D 23/122

C61K 31/415

で示されるアセチレン・ジカルボニル化合物と  
を反応させることを特徴とする一般式

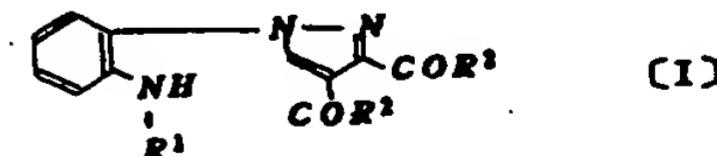


(但し、R1およびR2は前記と同一意味を表わす。)

で示されるピラゾール誘導体の製法

発明の詳細な説明

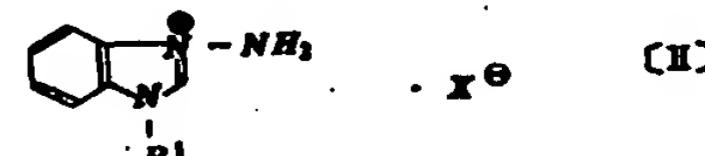
本発明は一般式



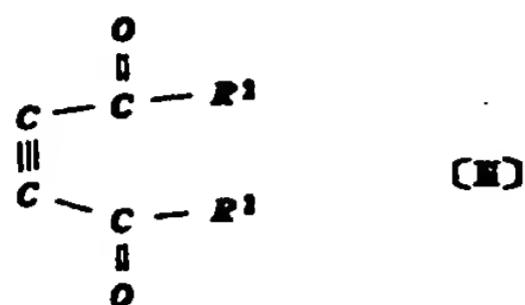
(但し、R1はアルキル基、R2はアルコキシ基またはアリール基を表わす。)

で示されるピラゾール誘導体の製法に関する。

本発明によれば、当該目的化合物〔I〕は一般式



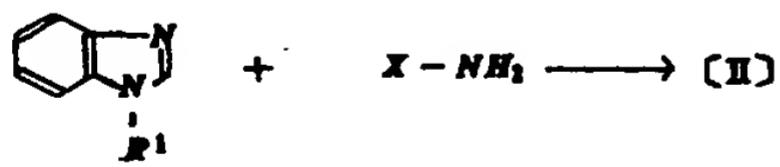
(但し、 $R^1$  は前記と同一意味を表わし、 $X^0$  はアリールスルホニウムオキシアニオンを表わす。) で示される  $\text{N-アルキル-3-アミノ-ベンツイミダゾリウム・アリールスルホネート}$  と一般式



(但し、 $R^2$  は前記と同一意味を表わす。) で示される  $\text{アセチレン・ジカルボニル化合物}$  を反応させることにより製することが出来る。本発明において、原料化合物 [II] の好適な例としては記号  $R^1$  で示されるアルキル基が例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基等であり、記号  $X^0$  で示されるアリールスルホニルオキシアニオンが例えば(スルホニトリメチルフェニル)スルホニルオキシアニオン、(スルホニトライソプロピルフェニ

ル)スルホニルオキシアニオン、(スルホニルフェニル)スルホニルオキシアニオン、(スルホニトロフェニル)スルホニルオキシアニオン、(スルホニトリニトロフェニル)スルホニルオキシアニオン等である化合物があげられる。また原料化合物 [II] の好適な例としては記号  $R^2$  で示される基が例えばメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基の如きアルコキシ基、フェニル基の如きアリール基等である化合物があげられる。本発明の反応は適当な溶媒中塩基の存在下に実施するのが好ましい。塩基としては例えば炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウムの如き無機塩基、トリトン B、ジアザビシクロウンデセンの如き有機塩基等が好適に用いられる。反応溶媒としては例えばジメチルホルムアミドの如きが好適に用いられる。かくして生成した目的化合物 [I] は、例えば反応終了液を濃縮して該化合物 [I] の粗製物を得。これにつきクロマトグラフィー(例えばアルミ

ナクロマトグラフィー等)、再結晶法等通常の精製操作により容易に単離出来る。本発明の目的化合物 [I] はいずれも新規化合物であり、例えば鎮痛作用あるいは消炎作用等を有する有用な医薬化合物である。尚、本発明の原料化合物 [II] は、例えば下記反応式に示される如くして合成される。



(但し、 $R^1$  は前記と同一意味を表わし、 $X$  はアリールスルホニルオキシ基を表わす。)

#### 実施例 1

$\text{N-メチル-3-アミノ-ベンツイミダゾリウム・(スルホニトリメチルフェニル)スルホネート}$   $0.347\text{ g}$  をジメチルホルムアミド  $4\text{ ml}$  に溶解し、炭酸カリウム  $0.138\text{ g}$  を加える。 $0\sim5^\circ\text{C}$  にて  $30$  分間かくはんしたのち、同温度にてジメチルアセチレンジカルボキシレート  $0.210\text{ g}$  を加え、 $5$  時間かくはんする。反

応終了液より不溶物をロ去し、ロ液を減圧濃縮する。得られる残渣をクロロホルムに溶解し、不溶物をロ去する。ロ液を減圧濃縮し得られる残渣をアルミナカラムに導通し、クロロホルムにて溶出する。得られる結晶をエーテル-メタキサンより再結晶することにより、 $\text{N-}(2\text{-メチルアミノフェニル)-3-メトキシカルボニル-ビラゾール}$   $0.165\text{ g}$  を得る。収率  $70\%$ 、mp.  $102\sim103^\circ\text{C}$

$\text{IR} \cdot \frac{\text{KCl}}{\text{mm}} \text{cm}^{-1} : 3370, 1740, 1710$

#### 実施例 2

実施例 1においてジメチルアセチレンジカルボキシレートに代えて  $\text{N-ジベンゾイルアセチレン}$  を用い、以下実施例 1 と同様に処理することにより、 $\text{N-}(2\text{-メチルアミノフェニル)-3-ジベンゾイル-ビラゾール}$  を得る。収率  $70\%$ 、mp.  $170\sim171.5^\circ\text{C}$

代理人 弁理士 中 鳩 正二

△ 添附 項の目録

- (1) 願書副本 / 通
- (2) 明細 / 通
- (3) 委任状 / 通

△ 前記以外の発明者

アマガタキシタリヤマアザダムエ  
兵庫県尼崎市栗山字段の前 33/-//

イケダ マサヒロ  
池田 正澄

トロナカシヒガシトロナカチヨウ  
大阪府豊中市東豊中町5丁目3番103-106号

ヘヤシ ハジロ  
林 宏徳

